

CH 563 807



CONFÉDÉRATION SUISSE  
BUREAU FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE



(51) Int. Cl.<sup>2</sup>: B 01 J 2/04  
B 01 J 13/02  
B 05 B 1/02

(B1)

(19) **CH EXPOSÉ D'INVENTION** A5 (11) **563 807**

R

- (21) Numéro de la demande: 2204/73  
(61) Additionnel à:  
(62) Demande scindée de:  
(22) Date de dépôt: 14. 2. 1973, 18 ¼ h  
(33) (32) (31) Priorité:

Brevet délivré le 31. 5. 1975

- (45) Exposé d'invention publié le 15. 7. 1975

(54) Titre: **Procédé de fabrication de granules  
et appareil pour la mise en œuvre de ce procédé**

(73) Titulaire: Battelle Memorial Institute, Carouge GE

(74) Mandataire: Milorad Vimic, Carouge-Genève

(72) Inventeur: Jean Mira, Acacias/Genève (Suisse), Jacques Tissot, Archamps, et Bernard Chaleat, Saint-Julien-en-Genevois (France)

L'invention a trait au procédé de fabrication de granules d'un produit, selon lequel:

- on liquéfie ce produit;
- on forme, à partir de ce produit liquéfié, un jet à écoulement laminaire;
- on fractionne ce jet en un chapelet de gouttelettes en le soumettant à une perturbation périodique de fréquence déterminée;
- on solidifie ces gouttelettes sous forme de sphérules;
- et on collecte ces sphérules qui constituent lesdits granules.

Ce procédé est bien connu, mais il se heurte à une difficulté importante due au fait que plus les sphérules doivent être petites, plus le jet liquide doit être fin. Ce jet étant obtenu à l'aide d'un ajutage, c'est le diamètre de cet ajutage qui va définir la dimension des sphérules. Or, pour obtenir des sphérules régulières, il faut disposer d'un jet très stable dans lequel l'écoulement est laminaire, au moins à l'origine du jet. Cette condition nécessite donc une régularité parfaite de l'ajutage, lequel doit être exempt de défauts tels que bavures, ovalisation, rugosité, etc. Cependant, plus le diamètre de l'ajutage devient petit, plus il est difficile de remplir ces conditions: en effet, un défaut de dimension donnée, par exemple de 10 microns, conduit à une irrégularité de 2% pour un ajutage de 5 mm de diamètre, mais à une irrégularité de 10% pour un ajutage de 0,1 mm de diamètre. Le procédé en question rend donc très délicate l'obtention d'une granulation fine qui soit régulière, et cela faute de pouvoir réaliser un ajutage de petite dimension capable de donner naissance à un jet liquide qui soit simultanément très fin et animé d'un écoulement laminaire.

En outre, il peut arriver que la substance à granuler présente, à l'état liquide, une viscosité telle que le jet ne se fractionne pas en sphérules autonomes, mais en un chapelet de masselottes attachées les unes aux autres par un très mince filet qui refuse de se rompre. Ce phénomène s'observe notamment lorsque les forces de viscosité l'emportent sur les forces de tension superficielle: ces dernières n'arrivent pas à amincir le filet de substance liquide au point de le rompre avant qu'il soit solidifié. Il est évident que, une fois la substance solidifiée, ce filet solide finit par céder aux sollicitations que le chapelet de masselottes subit par la suite, mais les granules qu'on obtient ainsi ne sont pas rigoureusement sphériques et n'ont pas rigoureusement la même masse. La granulation au jet ne donne donc pas satisfaction lorsque la substance liquéfiée présente une viscosité appréciable.

Il est connu, d'autre part, de recourir à la technique du jet fractionné pour réaliser l'encapsulation d'une première substance dans une seconde substance, cette seconde substance devant être solide dans les conditions normales de température, de sorte que la première substance, qui peut être liquide ou solide dans les conditions normales, constitue un noyau enrobé dans une coquille constituée par la seconde substance. Selon les techniques connues, on recourt, dans ce cas, au fractionnement d'un jet composite comprenant une âme, qui est constituée par la première substance, et une gaine, qui emprisonne cette âme et qui est constituée par la seconde substance. En d'autres termes, cette technique d'encapsulation revient à «granuler» l'ensemble des deux substances mis sous la forme d'un jet «composite». Comme dans la granulation pure, à partir d'un jet simple d'une substance unique, ce sont les forces de tension superficielle qui sont responsables de la formation des gouttelettes, lesquelles sont elles-mêmes composites, la seconde substance constituant la coquille dans laquelle est emprisonné le noyau constitué par la première substance. On se rend compte aisément que cette technique d'encapsulation par fractionnement d'un jet composite se heurte aux mêmes difficultés que la technique de granulation pure par fractionnement d'un jet simple.

Le procédé qui fait l'objet de l'invention recourt à une technique connue qui consiste à engendrer, dans le cas de la seule granulation, deux écoulements coaxiaux, le premier étant constitué par le produit à granuler et le second par un liquide non

miscible dans le premier, et, dans le cas de l'encapsulation, trois écoulements coaxiaux, le premier étant constitué par le produit à encapsuler, le deuxième par le produit liquéfié destiné à former la capsule et le troisième par un produit non miscible dans le deuxième. Cette technique, qui est décrite notamment dans le brevet suisse N° 478590, consiste à créer ces écoulements à l'intérieur d'un conduit qui confine l'écoulement du liquide externe, à donner à cet écoulement externe une vitesse suffisamment élevée pour amener le ou les écoulements internes à se fractionner en masselottes et à donner à cet écoulement externe une température telle que les masselottes se solidifient, soit dans leur totalité s'il s'agit de granulation, soit dans la couche externe d'enrobage que forme le deuxième liquide, s'il s'agit d'encapsulation. En d'autres termes, cette technique utilise le fractionnement naturel de la veine, simple ou composite, constituée par le/les écoulement(s) interne(s) emprisonné(s) dans l'écoulement externe. Or, ce fractionnement naturel est essentiellement aléatoire et il donne lieu à un produit granulé, ou encapsulé, dont la granulométrie a une distribution très large. Or, cette large distribution de la granulométrie est incompatible avec maintes utilisations ultérieures du produit obtenu, notamment celles qui exigent un dosage précis (cas des pesticides, par exemple) ou un épandage uniforme (cas des fertilisants), et, par conséquent, nécessitent une granulométrie très strictement définie (c'est-à-dire peu dispersée et à moyenne bien déterminée).

Un premier objet de l'invention est un procédé qui élimine ces difficultés. Ce procédé est caractérisé par le fait que l'on forme autour du jet, en contact avec lui, une enveloppe faite d'un autre liquide non miscible avec le produit liquéfié, que l'on imprime à cette enveloppe un écoulement laminaire à une vitesse au moins égale à celle du jet et que l'on applique ladite perturbation au jet habillé de cette enveloppe liquide, le tout de manière que ce jet, avant d'être soumis à cette perturbation, subisse au plus, de la part de cette enveloppe, un étirage hydrodynamique résultant de la différence entre sa vitesse d'écoulement et celle de cette enveloppe.

Un second objet de l'invention est un dispositif de granulation mettant en œuvre le procédé ci-dessus. Ce dispositif est caractérisé par le fait qu'il comprend:

- une buse cylindrique disposée autour de l'ajutage, coaxialement à ce dernier, et pourvue d'un raccord permettant de la relier à une source d'un autre liquide, non miscible avec celui du jet, cette buse étant agencée de manière à créer, autour du jet, une enveloppe à écoulement laminaire, faite de cet autre liquide;
- un moyen de réglage permettant, en agissant en amont de cet ajutage et de cette buse, de régler la vitesse relative entre le jet et l'enveloppe, de manière que la vitesse de cette dernière soit au moins égale à celle du jet;
- et par le fait que lesdits moyens de perturbation sont agencés de manière à appliquer ladite perturbation périodique au jet habillé de cette enveloppe liquide, le tout de sorte que, avant d'être soumis à cette perturbation, le jet habillé de cette enveloppe subisse au plus, de la part de cette dernière, un amincissement dû à l'accélération provoquée par la différence entre sa vitesse, sa vitesse d'écoulement propre et celle de cette enveloppe.

La description qui suit se rapporte au procédé, à deux formes de réalisation du dispositif, données à titres d'exemples, et à deux exemples d'application. Elle est illustrée par le dessin annexé, dans lequel:

La fig. 1 représente, en coupe, la première forme de réalisation, utilisée dans le cadre du premier exemple d'application.

La fig. 2 représente, en coupe, la deuxième forme de réalisation, utilisée dans le cadre du second exemple d'application.

Le procédé repose sur le fait que les forces engendrées à l'interface de deux écoulements coaxiaux, dont l'écoulement interne possède une vitesse inférieure à celle de l'enveloppe consti-

tuée par l'écoulement externe, sont telles que le second tend à entraîner le premier et à en accroître la vitesse jusqu'à amener celle-ci à être, au bout d'un certain parcours le long duquel cet écoulement interne est accéléré, sensiblement égale à la vitesse de l'écoulement externe. Comme le débit de l'écoulement interne doit, conformément à la loi de continuité, conserver en tout point une même valeur, le diamètre de cet écoulement doit diminuer lorsque sa vitesse croît. Il en résulte que l'on peut transformer un écoulement de section relativement grande en une veine liquide dont le diamètre s'amenuise au fur et à mesure qu'on s'éloigne de l'endroit où a lieu l'injection du premier écoulement (interne) dans le second (externe). Ce phénomène, qui s'observe pour des écoulements laminaires faits de liquides non miscibles l'un dans l'autre est, bien entendu, limité par la longueur que peut atteindre la veine, laquelle finit toujours, sous l'effet de perturbations inévitables, par se fractionner en gouttelettes noyées au sein de l'écoulement externe. Mais il présente l'avantage de laisser l'écoulement interne conserver, sur toute la longueur de la veine, le caractère laminaire qu'il possède à l'endroit de l'injection. On a donc là une possibilité d'engendrer un écoulement fini qui reste laminaire malgré son faible diamètre. Cette possibilité permet de surmonter la difficulté qu'il y a à réaliser un ajutage de très petit diamètre qui ait les qualités requises (régularité de forme et poli de surface, notamment) pour donner naissance à une veine à écoulement laminaire.

Au lieu d'injecter un écoulement interne simple dans l'enveloppe que forme l'écoulement externe, on peut injecter un écoulement interne composite, c'est-à-dire constitué par une âme, formée d'un premier liquide, entourée d'une gaine, formée d'un second liquide. Ce premier écoulement, composite, au sein duquel les deux composants ont la même vitesse, est injecté comme précédemment, dans l'axe du second écoulement, lequel possède une vitesse supérieure à celle de l'écoulement composite interne. C'est ce dernier qui est étiré par voie hydrodynamique, ce qui produit une veine composite à la fois très fine et parfaitement laminaire, résultat qui ne pourrait guère être obtenu avec des ajutages ayant la finesse requise. A titre d'exemple, on a pu réaliser ainsi des veines simples (parfaitement laminaires) de pétrole, ces veines étant étirées par une enveloppe constituée par un écoulement d'eau; leur diamètre était de l'ordre de quelques microns. On a également réalisé des veines comprenant une âme d'eau entourée d'une gaine de paraffine fondue, ces veines composites, parfaitement laminaires elles aussi, étant étirées par une enveloppe constituée par un écoulement d'eau chauffée à la température de fusion de la paraffine. Là aussi, on a pu atteindre des diamètres de l'ordre du micron.

Le procédé décrit permet donc de réaliser un écoulement très fin, à régime laminaire, qui se présente sous forme d'une veine, simple ou composite, emprisonnée au centre d'une enveloppe faite d'un écoulement externe de diamètre relativement grand.

Le dispositif qui met en œuvre ce procédé est très simple. Une première forme de réalisation est visible à la fig. 1. Ce dispositif, qui est destiné à l'obtention d'une veine simple, comprend une buse cylindrique externe 1 et un ajutage interne 2. Cet ajutage interne n'est en fait que l'extrémité d'un tuyau 3 qui traverse la paroi supérieure 4 d'une chambre de stabilisation 5 située en amont de la buse externe 1. Cette buse et cet ajutage ont des sections circulaires et ils sont maintenus coaxiaux l'un à l'autre par un joint soudé 6 ménagé à l'endroit où le tuyau 3 traverse la paroi 4. Ce tuyau 3 est raccordé par une vanne 7 à une canalisation d'alimentation 8 reliée à une source (non représentée) d'un premier liquide 9. Cette vanne 7 comprend un pointeau 10 qui coopère avec un siège 11 et qui est commandé par une tige filetée 12 manœuvrée par un poulet 13; elle permet de régler la vitesse de l'écoulement interne 14 engendré par l'ajutage 2. La chambre 5 est reliée, par une canalisation 15, à une source (non représentée) d'un autre liquide 16, non miscible dans le premier. Cet autre liquide constitue un écoulement externe 17, qui encercle

l'écoulement interne 14 et qui s'échappe de la buse 1 sous la forme d'une enveloppe 18. Le diamètre de la buse 1 a une valeur qui est un multiple de la valeur du diamètre de l'ajutage 2, de sorte que l'écoulement externe 17 est beaucoup plus important que l'écoulement interne 14. La pression du liquide 16 dans la canalisation 15 est choisie de manière que l'écoulement externe 17 soit laminaire, avec une vitesse  $V_0$ , et la vitesse de l'écoulement interne 14 est ajustée à l'aide du poulet de commande 13 de la vanne 7 à une valeur  $V_1 < V_0$ , de manière que le liquide de cet écoulement interne 14 soit accéléré par l'écoulement externe 17, au moment où le premier est injecté dans l'axe du second. Il en résulte que l'écoulement interne 14 se transforme peu à peu en une veine étirée 19, noyée dans l'axe de l'enveloppe 18. Cette veine, dont la vitesse est égale à celle qui règne dans l'axe de l'enveloppe, a un diamètre fortement réduit par rapport au diamètre de l'écoulement interne 14, lequel est déterminé par le diamètre de l'ajutage 2; mais elle conserve le caractère laminaire qu'avait cet écoulement interne.

La fig. 2 montre une deuxième forme de réalisation du dispositif, destinée à l'obtention d'une veine fine composite, à deux composantes. On reconnaît la buse externe 1 donnant naissance au second écoulement 17, la chambre 5 et la canalisation 15 par laquelle cette buse est alimentée en liquide vecteur 16. Au lieu d'un ajutage interne simple, il y a ici un ajutage composite comprenant deux buses coaxiales 30, 37 fixées elles-mêmes à l'intérieur de la buse externe 1 dans une position coaxiale à cette dernière. La buse médiane 30 est reliée, par une vanne 32 et une canalisation 33, à une source (non représentée) d'un liquide 34 constituant la composante externe 43 de l'écoulement composite 44. La buse centrale 37 est reliée par une vanne 38 et une canalisation 39 à une source (non représentée) d'un liquide 40 constituant la composante interne 42 de l'écoulement composite 44. Les vannes 32 et 38 sont réglées de manière que les vitesses  $V^{(1)}$  et  $V^{(2)}$  des composantes 42 et 43 de l'écoulement 44, qui est donc composite, soient égales entre elles, et de manière que la valeur commune  $V_1$  de ces vitesses soit inférieure à la vitesse  $V_0$  de l'écoulement externe 17. Il se produit alors le même phénomène que dans le cas précédent, à savoir l'étirage de l'écoulement composite 44, par l'écoulement externe 17, et ce dispositif engendre une veine étirée 36, composite, dont le diamètre est fortement réduit par rapport au diamètre de l'écoulement 44. Les seules conditions à respecter sont que les vitesses  $V^{(1)}$  et  $V^{(2)}$  des composantes de l'écoulement 44 soient les mêmes, que cet écoulement soit laminaire, et que les liquides qui sont en contact ne soient pas miscibles les uns dans les autres. Ainsi, le liquide 40 constituant la composante intérieure 42 ne doit pas être miscible dans le liquide 34 constituant la composante 43, et cette dernière ne doit pas être miscible dans le liquide 16 de l'écoulement externe 17. Mais les liquides 16 et 40 pourraient fort bien être les mêmes, puisqu'ils sont séparés l'un de l'autre par le liquide 34 de la composante externe 43 de l'écoulement composite 44. En outre, l'écoulement externe 17 doit être laminaire et sa vitesse  $V_0$  doit être supérieure à la vitesse  $V_1$  commune aux deux composants de l'écoulement interne composite 44.

Quant à l'application du procédé à la granulation d'un produit liquéfié, elle consiste à utiliser ce produit liquéfié en qualité de liquide constituant l'écoulement interne 14 (fig. 1), et à provoquer de manière délibérée le fractionnement en gouttelettes de la veine effilée 19 en laquelle, comme on l'a vu, se mue cet écoulement interne. Pour cela, le dispositif, ou mieux son ajutage interne 2, est relié à une source de vibrations capable de provoquer des perturbations périodiques de l'écoulement de la veine effilée 19. Dans ce but, l'ajutage 2 qui engendre l'écoulement interne 14 est attaché, par l'intermédiaire de la vanne 7, à l'élément mobile 50 d'un vibreur 51 qui imprime à cet ajutage des vibrations axiales représentées par la double flèche 52. On sait, en effet, qu'une perturbation appliquée à un écoulement en forme de jet (et la veine 19 constitue, en fait, un jet au milieu d'une masse 18) pro-

voque une déformation de la surface extérieure du jet, déformation qui s'amplifie exponentiellement, au fur et à mesure qu'on s'éloigne du point d'application des perturbations, jusqu'à avoir une amplitude égale au rayon du jet, moment à partir duquel le jet se scinde en tronçons qui, sous l'influence de la tension interfaciale, prennent rapidement la forme de sphérules. La longueur des tronçons étant définie par la longueur d'onde de la déformation le long du jet, il s'ensuit que, à vitesse donnée du jet et à fréquence donnée de la perturbation, la longueur des tronçons en lesquels se scinde le jet est imposée. Il se trouve que la vitesse de croissance de l'amplitude de la déformation est maximale lorsque sa longueur d'onde est égale à 4,5 fois le diamètre du jet (loi de Rayleigh), et que la perturbation est pratiquement sans effet lorsque la longueur d'onde de la déformation est inférieure au diamètre du jet. On voit donc que si l'enveloppe libre 18 a un diamètre supérieur à 4,5 fois celui de la veine 19, une déformation périodique ayant la longueur d'onde qui correspond à la fréquence de Rayleigh relative à cette veine, sera sans effet sur l'enveloppe 18, et seule la veine 19 sera fractionnée en un chapelet de gouttelettes 54. C'est pourquoi une éventuelle transmission à la buse 1 et, par elle, à l'écoulement externe 17, de tout ou partie de la vibration imposée à l'ajutage 2 par le vibreur 51 ne provoque pas le fractionnement de l'enveloppe 18. On se trouve donc en présence d'un chapelet 53 de gouttelettes 54, noyées dans cette enveloppe 18. Pratiquement, afin de réduire la dimension des gouttelettes 54, on choisit la fréquence du vibreur 51 de manière que la longueur d'onde de la déformation soit égale au double du diamètre de la veine, ce qui oblige le vibreur à fournir un peu plus d'énergie pour assurer le fractionnement. En choisissant, en outre, comme liquide 16 constituant l'écoulement externe 17, donc l'enveloppe 18, un liquide propre à provoquer la solidification du premier liquide 9, les gouttelettes 54 se transforment rapidement en sphérules solides. On obtient ainsi la granulation du produit qui, après avoir été liquéfié au préalable, constitue l'écoulement interne 14. Du fait que la veine 19 en laquelle se mue cet écoulement sous l'effet de l'étréage hydrodynamique provoqué, l'enveloppe libre 18 a un très faible diamètre, du fait que cet étréage conserve à cette veine le caractère laminaire que possède l'écoulement 14 et du fait que le fractionnement de cette veine laminaire est commandé par les vibrations forcées 52, on obtient des sphérules de très petite taille, dont la dimension est très régulière, déterminée qu'elle est par la fréquence de ces vibrations forcées. En d'autres termes, on réalise une granulation très fine dont les granules ont une taille très régulière, une forme parfaitement sphérique et possèdent une granulométrie très peu dispersée.

Une application similaire est possible avec le dispositif de la fig. 2. Dans ce cas, c'est, de préférence, à la buse externe 30 de l'ajutage composite qu'on applique les perturbations. A cet effet, c'est la vanne 32 commandant le débit de la composante externe 43 de l'écoulement composite 44 que l'on attache à l'élément mobile 50 du vibreur 51. On obtient ainsi le fractionnement de la veine composite 36 en un chapelet 53 de gouttelettes composites 54 dont chacune comprend un noyau 55, qui est formé par le liquide 40 dont est constituée la composante interne 42 de l'écoulement composite 44, et qui est entouré d'une enveloppe 56 formée par ce liquide 34. Si l'on prend pour le liquide 34 constituant la composante externe 43 un produit solidifiable au sein du liquide 16 constituant l'enveloppe 18, ces gouttelettes se muent en sphérules comprenant une coquille solide qui résulte de la solidification de l'enveloppe 56, et un noyau, qui peut être liquide ou solide suivant que la composante interne 42 de l'écoulement composite 44 est solidifiable ou non. On réalise ainsi l'encapsulation du produit liquéfié 40 et les capsules sphériques que l'on obtient ont les mêmes qualités que les sphérules obtenues avec un écoulement interne simple, à savoir finesse, régularité de forme et faible dispersion de granulométrie.

Le recours au dispositif représenté à la fig. 1 est particulièrement indiqué lorsque le produit à granuler se présente, une fois

liquéfié, sous la forme d'un liquide à haute viscosité dans lequel l'effet des forces de tension superficielle, responsables de la déformation qui fait passer les masselottes liquides en lesquelles se scinde le jet de la forme ovoïde qu'elles ont au moment du fractionnement à la forme sphérique qui est celle des gouttelettes finales, est masqué par l'effet des forces de viscosité, lesquelles freinent cette déformation. Dans ce cas, c'est moins l'étréage hydrodynamique de la veine 19 par l'enveloppe liquide 18 animée d'une vitesse  $V_0 > V_1$  qui est recherché que l'utilisation de la tension superficielle du liquide 16 de cette enveloppe pour réaliser des gouttelettes relativement massives emprisonnant un noyau constitué du produit liquéfié 9. Dans ce cas, la fréquence de la perturbation qui provoque le fractionnement forcé est adaptée au diamètre et à la vitesse de l'enveloppe 18. Pratiquement, on choisit une fréquence telle que le rapport entre la longueur d'onde de la perturbation et le diamètre de l'enveloppe soit compris entre 2 et 4,5.

Dans le cas où l'on veut procéder, par fractionnement forcé d'un jet composite, à l'encapsulation d'un premier produit dans un second et où ce second produit possède, une fois liquéfié, une viscosité trop élevée pour que la formation des gouttelettes composites soit satisfaisante, on recourra au dispositif représenté à la fig. 2 et l'on adaptera, de manière analogue, la fréquence de la perturbation à la vitesse et au diamètre de l'enveloppe liquide, afin de constituer avec cette dernière des gouttelettes sphériques relativement massives emprisonnant un noyau sphérique composite formé d'une sphère du premier produit entourée d'une couche du second produit.

Dans les deux cas, on choisira pour la température du liquide 16 formant l'écoulement externe 17 une valeur telle que la solidification du produit constituant le jet 19 (fig. 1), respectivement la gaine 35 (fig. 2), ne puisse commencer avant que l'enveloppe n'ait été fractionnée en le chapelet de gouttelettes requis. C'est la raison pour laquelle il est prévu de disposer autour de la chambre 5 un corps de chauffe, par exemple le serpent tubulaire 60 (représenté en traits interrompus, vu son caractère facultatif), dans lequel circule un fluide (liquide ou vapeur) de réchauffage.

En résumé, le procédé qui vient d'être décrit se prête à trois applications principales, à savoir :

- la granulation en sphères minuscules d'un produit préalablement liquéfié sous la forme d'un liquide fluide, le diamètre des sphères obtenues étant inférieur à celui que permettent d'atteindre les procédés connus et ayant une dispersion très faible autour de sa valeur moyenne;
- l'encapsulation, en microcapsules sphériques, d'un produit, naturellement liquide ou liquéfié au préalable, dans un produit d'enrobage préalablement liquéfié;
- la granulation en sphères, minuscules ou non, d'un produit préalablement liquéfié sous la forme d'un liquide ayant une viscosité trop élevée pour pouvoir être granulé par les procédés connus utilisant le fractionnement d'un jet simple, ou l'encapsulation en capsules sphériques d'un produit dans un produit d'enrobage liquéfié trop visqueux pour se prêter à une encapsulation usuelle par fractionnement d'un jet composite.

Dans le premier et le deuxième cas, on donne à la perturbation forcée imprimée au jet une fréquence qui est adaptée au diamètre de la veine 19 et 36, respectivement, veine qui est simple dans le premier cas et composite dans le deuxième. Dans le troisième cas, on donne à cette perturbation forcée une fréquence adaptée au diamètre de l'enveloppe externe 18, constituée par le liquide d'entraînement 16.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication de granules d'un produit, selon lequel :

-- on liquéfie ce produit :

— on forme, à partir de ce produit liquéfié, un jet à écoulement laminaire;

— on fractionne ce jet en un chapelet de gouttelettes en le soumettant à une perturbation périodique de fréquence déterminée;

— on solidifie ces gouttelettes sous forme de sphérules;

— et on collecte ces sphérules qui constituent lesdits granules, caractérisé par le fait que l'on forme, autour du jet, en contact avec lui, une enveloppe faite d'un autre liquide non miscible avec le produit liquéfié, que l'on l'imprime à cette enveloppe un écoulement laminaire à une vitesse au moins égale à celle du jet et que l'on applique ladite perturbation au jet habillé de cette enveloppe liquide, le tout de manière que ce jet, avant d'être soumis à cette perturbation, subisse au plus, de la part de cette enveloppe, un étirage hydrodynamique résultant de la différence entre sa vitesse d'écoulement et celle de cette enveloppe.

II. Dispositif de granulation pour la mise en œuvre du procédé selon la revendication I, comprenant un ajutage agencé de manière à créer, à partir d'un liquide obtenu par liquéfaction du produit à granuler, un jet à écoulement laminaire, et des moyens de perturbation agencés de manière à appliquer à ce jet une perturbation périodique de fréquence déterminée capable d'en provoquer le fractionnement en un chapelet de gouttelettes, caractérisé par le fait qu'il comprend:

— une buse cylindrique disposée autour de l'ajutage, coaxialement à ce dernier, et pourvue d'un raccord permettant de la relier à une source d'un autre liquide, non miscible avec celui du jet, cette buse étant agencée de manière à créer, autour du jet, une enveloppe à écoulement laminaire, faite de cet autre liquide;

— un moyen de réglage permettant, en agissant en amont de cet ajutage et de cette buse, de régler la vitesse relative entre le jet et l'enveloppe, de manière que la vitesse de cette dernière soit au moins égale à celle du jet;

et par le fait que lesdits moyens de perturbation sont agencés de manière à appliquer ladite perturbation périodique au jet habillé de cette enveloppe liquide, le tout de sorte que, avant d'être soumis à cette perturbation, le jet habillé de cette enveloppe subisse au plus, de la part de cette dernière, un amincissement dû à l'accélération provoquée par la différence entre sa vitesse, sa vitesse d'écoulement propre et celle de cette enveloppe.

## SOUS-REVENDEICATIONS

1. Procédé selon la revendication I, caractérisé par le fait que le rapport entre la vitesse de ladite enveloppe liquide et son diamètre extérieur a une valeur inférieure à celle de la fréquence

de ladite perturbation, de manière que cette enveloppe soit insensible à cette perturbation, ledit jet étant fractionné à l'intérieur de cette enveloppe.

2. Procédé selon la revendication I, caractérisé par le fait que le rapport entre la vitesse de ladite enveloppe liquide et son diamètre extérieur a une valeur supérieure à celle de la fréquence de ladite perturbation, de manière que cette enveloppe soit fractionnée en un chapelet de gouttelettes dont chacune contient un noyau formé par une portion dudit jet.

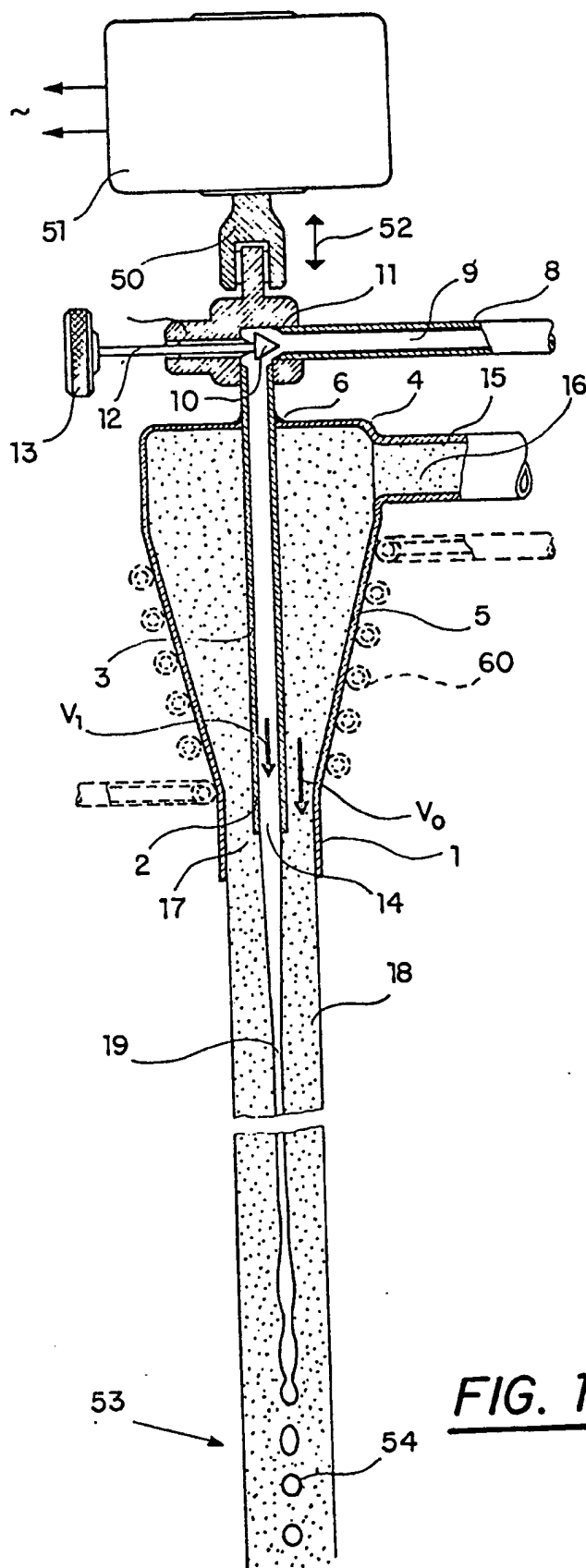
3. Procédé selon la revendication I, caractérisé par le fait que la vitesse d'écoulement de ladite enveloppe est supérieure à celle dudit jet, de sorte que ce dernier, avant d'être fractionné par ladite perturbation, est aminci par l'étirage hydrodynamique provoqué par l'écoulement de cette enveloppe.

4. Procédé selon la revendication I pour la fabrication de granules composites dont chacun comprend un noyau, fait d'un premier produit qui est enrobé dans une capsule, faite d'un second produit, caractérisé par le fait que l'on forme ladite enveloppe liquide autour d'un jet composite comprenant une âme constituée par ce premier produit et une gaine constituée par ce second produit, liquéfié au préalable.

5. Procédé selon la revendication I, caractérisé par le fait que l'on donne à ladite enveloppe liquide une vitesse supérieure à celle dudit jet, de manière que ce dernier soit aminci par l'étirage hydrodynamique qu'exerce sur lui cette enveloppe liquide.

6. Dispositif selon la revendication II pour la fabrication de granules composites formés d'un noyau, fait d'un premier produit, qui est enrobé dans une capsule, faite d'un second produit, caractérisé par le fait que ledit ajutage est un ajutage composite comprenant une buse intérieure entourée d'une buse extérieure, ces deux buses étant coaxiales, chacune d'elles étant pourvue d'un raccord permettant de la relier à une source de ce premier produit et de ce second produit, respectivement, ce second produit étant un solide préalablement liquéfié, de sorte que ledit jet est un jet composite comprenant une âme, faite de ce premier produit, et une gaine faite de ce second produit, et par le fait qu'il comprend un moyen de réglage permettant de régler, en agissant en amont de chacune de ces buses sur les débits des liquides respectifs, la vitesse des composantes de ce jet, de manière que l'écoulement de chacune d'elles soit laminaire.

7. Dispositif selon la revendication II, caractérisé par le fait que ladite buse cylindrique est pourvue d'un échangeur de chaleur permettant de donner à la température du liquide constituant ladite enveloppe une valeur telle que ledit jet soit empêché de se solidifier avant son fractionnement et que lesdites gouttelettes soient obligées de se solidifier avant de quitter cette enveloppe.



**FIG. 1**

